

Iniciación a la bromatología (prácticas)	Protocolos de análisis	Ref: 13.10
ÁCIDOS OXIDADOS EN GRASAS		

OBJETIVO Y FUNDAMENTOS

Este método determina los ácidos oxidados en una grasa, expresados como materia grasa insoluble en éter de petróleo.

MATERIAL

Balanza analítica.
Baño de agua.
Cápsula de porcelana.
Mechero Bunsen.
Desecador.
Embudos de decantación (2).
Estufa de desecación.
Frascolavador.
Horno de mufla,
Matraces esmerilados 29/32 de 250 ml (2).
Placa calefactora.
Probeta de 100 ml.
Probeta de 25 ml.
Probeta de 50 ml
Refrigerante de reflujo.
Triángulo cerámico.

REACTIVOS

Acido clorhídrico 1N sv.
Agua destilada.
Alcohol etílico neutro 96 % pa.
Éter de petróleo 40-60°C bidestilado pa.
Éter etílico pa.
Gel de sílice.
Hidróxido de potasio 2N sv alcohólica (para su preparación, consultar la práctica 13.9).

METODOLOGÍA

- 1.- Pesar exactamente alrededor de 5 gramos de grasa exenta de agua en un matracesmerilado 29/32 de 250 ml.
- 2.- Añadir 50 ml de disolución alcohólica de hidróxido de potasio 2N y dejar 1 hora a reflujo suave.
- 3.- Separar la fuente de calor añadir 25 ml de agua destilada por la parte superior del refrigerante ; sacudir y dejar enfriar.
- 4.- Transvasar el contenido del matraz a un embudo de decantación, lavando con 25 ml de

agua destilada y 100 ml de éter etílico pa.

- 5.- Tapar y sacudir durante 1 minuto. Dejar reposar para separar dos capas. Si aparece una emulsión persistente, añadir unas gotas de ácido clorhídrico 1N sv.
- 6.- Separar la capa hidroalcohólica y transferirla al matraz de saponificación; pasar la capa etérea a un segundo embudo de decantación y lavarla dos veces con porciones de 40 ml de agua destilada; juntar las aguas de lavado con la fracción hidroalcohólica
- 7.- Conectar el matraz de la fase hidroalcohólica y de las aguas de lavado del éter a un montaje para destilación (puede servir un Shoxlet) y evaporar hasta eliminación del alcohol etílico y de las trazas de éter (apreciar con el olfato).
- 8.- Trasvasar el contenido del matraz a un embudo de decantación, arrastrar el residuo con agua destilada hasta totalizar un volumen aproximado de 150 ml.
- 9.- Añadir disolución de ácido clorhídrico 1N sv hasta que no quede espuma después de sacudir durante 2 minutos (comenzar inicialmente con 51 ml de solución ácida).
- 10.- Añadir 100 ml de éter de petróleo y sacudir 1 minuto; dejar reposar un mínimo de 12 horas.
- 11.- Decantar el agua ácida y filtrar la fracción etérea sobre un filtro lento.
- 12.- Lavar dos veces el tubo de decantación con 25 ml de éter de petróleo y filtrar (si es preciso, efectuar más lavados con pequeñas porciones).
- 13.- Disolver los ácidos oxidados contenidos en el tubo decantación y en el filtro con alcohol etílico caliente (3 o 4 lavados con porciones de 25 ml) y transferir la solución alcohólica de ácidos oxidados a un matraz esmerilado 29/32 de 250 ml.
- 14.- Evaporar el alcohol hasta un volumen muy pequeño (unos pocos ml).
- 15.- Transvasar el residuo a una cápsula de porcelana calcinada y tarada, lavando con pequeñas porciones de éter etílico.
- 16.- Evaporar en baño de agua, hasta desaparición del olor a éter y a alcohol y aparición de olor acre.
- 17.- Desecar en estufa a 103°C durante 1/2 hora; enfriar en desecador. Repetir el proceso hasta peso constante.
- 18.- Calcinar el residuo (para determinar las sales minerales extraídas conjuntamente con los ácidos oxidados), dejar enfriar la cápsula en el desecador y pesar.

CÁLCULOS

Resultado expresado en % de ácidos oxidados:

$$\text{Ácidos oxidados (\%)} = \frac{100 \cdot (m' - m'')}{m}$$

en donde:

m' = peso en gramos de ácidos oxidados + sales minerales.

m'' = peso en gramos de las sales minerales.

m = peso en gramos de la muestra.

OBSERVACIONES

El método tiene un carácter eminentemente empírico y debe observarse estrictamente la metodología descrita. Cualquier modificación que se ensaye debe ser rigurosamente verificada y contratada.

Cuestionario 13.10. - Ácidos oxidados en grasas

- 1.- ¿Que tipo de compuestos pueden originarse por oxidación de los ácidos grasos?; escribir la fórmula de unos cuantos.
- 2.- Hacer el esquema gráfico del procedimiento analítico.
- 3.- Deducir razonadamente la fórmula utilizada en los cálculos.
- 4.- Confeccionar el correspondiente "boletín de análisis".